N° 89

LES

LAITS DE LA PRINCIPAUTÉ DE MONACO

ET DE SES ENVIRONS IMMÉDIATS

THÈSE

Présentée et publiquement soutenue à l'École Supérieure de Pharmacie de Montpellier

ACAD. LUGD. BAT. BIBL.

Le 12 Juillet 1913

PAR

Auguste BERNIN

Pharmacien de l'hôpital Prince Albert de Monaco
Ex-pharmacien-adjoint des hôpitaux de Lyon
Lauréat de la Faculté de Médecine et de Pharmacie de Lyon

Pour Obtenir le Grade de Docteur de l'Université

(MENTION PHARMACIE)

JURY : MM. FONZES-DIACON, *Professeur, Président.*
H. IMBERT, *Professeur.* } *Assesseurs.*
TARBOURIECH, *Agrégé.* }

MONTPELLIER
IMPRIMERIE COOPÉRATIVE OUVRIÈRE
14, Avenue de Toulouse, — Téléphone : 8-78

1913

A MON PRÉSIDENT DE THÈSE

MONSIEUR H. FONZES-DIACON

PROFESSEUR DE CHIMIE MINÉRALE A L'ÉCOLE SUPÉRIEURE DE PHARMACIE

Hommage de respectueuse gratitude.

A. BERNIN.

A MA MÈRE

Témoignage d'affection sincère et de profonde reconnaissance.

MEIS ET AMICIS

A. BERNIN.

LES LAITS DE LA PRINCIPAUTÉ DE MONACO

ET DE SES ENVIRONS IMMÉDIATS

I

Les laits de la Principauté de Monaco et de ses environs immédiats

Au premier Congrès international pour la répression des fraudes alimentaires, tenu à Genève en 1908, la délégation française, par l'organe d'un de ses membres, M. Grébauval, a fait prendre acte des deux propositions suivantes :

1° « Il serait désirable que la composition des laits fût établie, dans chaque Etat, par les soins des pouvoirs publics, à la suite d'analyses portant sur des prélèvements officiels nombreux, effectués suivant les régions, l'alimentation, les saisons et les races des différents animaux. »

2° « Pour pouvoir être mis en vente, le lait pur destiné à la consommation humaine doit avoir une composition élémentaire moyenne et une teneur en principes

utiles comparables à la composition moyenne fixée dans chaque Etat, par saison et par région laitière. »

Précédemment, en 1903, le Congrès international d'hygiène de Bruxelles avait émis un certain nombre de vœux relatifs à la vente du lait ; entre autres celui-ci : « Chaque pays établira, d'après ses données particulières, ses limites minima pour les laits pauvres dont la vente est interdite. »

Ces vœux ont été entendus et, dans nombreuses régions de France, des études ont été faites qui établissent les moyennes de composition des laits et les limites des variations de leurs composants.

Dès 1904, à la suite d'analyses faites en vue de connaître les normales des laits de notre région, le Comité d'Hygiène de la Principauté de Monaco avait décidé, que ne pourraient être reconnus marchands que les laits ayant, en moyenne, par litre :

125 gr. d'extrait sec,
35 gr. de beurre,
45 gr. de lactose anhydre,

et dont le point cryscopique, observé sur un échantillon frais, serait compris entre —0°53 et —0°57.

Depuis cette époque, la consommation du lait a augmenté dans une proportion considérable et, comme conséquence, le nombre des vacheries s'est beaucoup accru. Il était donc intéressant de refaire notre travail de 1904 et de voir si la variation des moyennes devait fournir un argument en faveur de la modification des limites légales.

La quantité de lait consommée chaque jour dans la Principauté est extrêmement variable suivant les diverses époques de l'année.

Au mois de février de cette présente année, pour une

population de 22.956 habitants (recensement de 1913), la consommation journalière a été d'environ 7.000 litres; soit 0 lit. 30 par habitant.

La presque totalité de cette production vient des communes françaises voisines de Monaco. Les laiteries actuellement installées en territoire monégasque ne sont qu'au nombre de trois; elles produisent à peine 250 litres par jour, soit environ la trentième partie de la consommation journalière.

Depuis quelques années, grâce à l'existence des tramways de pénétration dans la montagne et à la création de services de transport par voitures automobiles, un apport important est fait des hautes régions montagneuses du département. Des sociétés coopératives rassemblent les laits des vallées du Haut-Var, de la Tinée et de la Bevera et les expédient chaque jour dans la Principauté et sur les centres importants du Littoral.

D'après la statistique que nous avons pu établir, pour le début de la présente année, la totalité du lait consommée, par jour, dans la Principauté a la provenance suivante :

250 litres de la Principauté même,

1500 litres des vallées du Haut-Var et de la Bevera,

5250 litres des communes voisines immédiates de Monaco.

A cause de l'éloignement souvent considérable des vacheries de la haute montagne — certaines d'entre elles sont à plus de 100 kilomètres de la Principauté — il ne nous a pas été possible de procéder nous-même à des prises d'échantillons ; mais notre étude a porté sur la totalité des laits des vacheries de la Principauté et des environs immédiats.

Commencée en avril 1912, elle s'est terminée en dé-

cembre de la même année ; elle comprend donc des laits produits à toutes les saisons.

Dans toutes les vacheries, sans exception, les animaux sont en état de stabulation constant. Leur nourriture est presque toujours composée de foin, de son et de farine d'orge. Au printemps et à l'automne, les vaches reçoivent, en outre, une petite quantité de fourrage vert ou de légumes très aqueux, betteraves ou courges. Les drèches et les tourteaux sont à peu près complètement exclus de leur alimentation. Nous avons, du reste, noté avec soin, pour chaque étable, la nourriture habituelle ; nous avons le plus souvent assisté aux repas et, comme notre visite aux étables a toujours été faite à l'improviste, tout nous porte à croire que les renseignements sur la nourriture, consignés dans nos tableaux, sont tout à fait exacts.

Les locaux qui abritent les vaches laitières sont ordinairement bien aérés et bien éclairés, et les prescriptions des règlements sanitaires pris en vertu de la loi de 1902 sur l'hygiène, sont assez bien observés.

Le prix de vente élevé du lait (de 0 fr. 50 à 0 fr. 60 le litre) laissant un notable bénéfice, la grande majorité des laitiers producteurs se trouvent dans une situation de fortune aisée qui leur permet de se soumettre docilement aux exigences des règlements et arrêtés sanitaires.

Cependant, nous avons encore rencontré des étables où les vaches n'ont pas en quantité suffisante l'air et la lumière et où les plus élémentaires notions de propreté sont inconnues. Ce sont précisément dans les étables qu'habitent les vaches dont la santé, au moins en apparence, laisse le plus à désirer.

Toutes choses égales d'ailleurs, nous croyons que les conditions hygiéniques mauvaises des locaux où les

vaches sont en stabulation constante, ont une influence marquée sur la qualité du lait produit.

Nous avons maintes fois constaté, et cela depuis de nombreuses années, que les animaux vivant dans des locaux bien éclairés et bien ventilés donnaient un lait beaucoup plus riche en principes utiles que ceux qui vivent dans des espaces restreints, sans air pur et souvent sans lumière.

L'étable n° 37 (tableau II et III), dont les laits ont donné les échantillons les plus pauvres de toute notre statistique, est, à ce point de vue, à signaler.

Nous retrouvons, en effet, dans notre carnet d'analyses, l'observation suivante sur cette étable : « Etable petite, obscure, sans aération et d'une malpropreté marquée, atmosphère insupportable. » Le lait de cette étable ne donnait que 110 gr. d'extrait et 21 gr. 3 de beurre ; un lait individuel ne renfermait que 109 gr. d'extrait et, seulement, 18 gr. 5 de beurre par litre.

La fièvre aphteuse, qui avait causé des ravages sensibles en 1910 et même en 1911 dans quelques étables de notre région, avait entièrement disparu aux époques de nos prélèvements. Au moins en apparence, et au dire des propriétaires, toutes les vaches que nous avons vues étaient en bonne santé.

Pour un certain nombre d'échantillons, notamment poux ceux des étables 7, 8, 9 et 10, nous avons recherché le bacille de la tuberculose. Cette recherche a été faite directement dans les culots de centrifugation et en injectant ces culots à des cobayes. Tous nos résultats ont été négatifs. Malgré cela, nous ne voulons pas croire que les vaches laitières de ces étables étaient toutes indemnes de tuberculose. L'épreuve de la tuberculine, non obligatoire, n'étant jamais pratiquée, nous pen-

sons — et nos présomptions sont raffermies par les communications qui nous ont été faites par les vétérinaires sanitaires — que, parmi les vaches en état de stabulation constant, le pourcentage des animaux tuberculeux est très élevé.

*
* *

Sur tous les échantillons que nous avons prélevés, aussi bien sur les laits individuels que sur les laits de mélange, nous avons fait les déterminations suivantes :

1° Le point cryoscopique ;
2° La densité ;
3° L'extrait sec à 100° ;
4° Le beurre ;
5° Les matières albuminoïdes totales (caséine) ;
6° Les cendres ;
7° Le lactose ;
8° L'acidité.

Nous pensons que ces normales et les moyennes qui en découlent sont indispensables, mais suffisantes, pour permettre aux chimistes-experts de déceler l'écrémage et le mouillage, les deux seules fraudes, malheureusement encore souvent pratiquees par les producteurs ou les marchands de lait de notre région.

Pour le prélèvement des échantillons nous nous sommes toujours entouré de toutes les précautions nécessaires, et nous sommes certain de leur authenticité absolue.

Les déterminations des constantes ont été faites par des méthodes éprouvées et d'une précision reconnue. Nous allons les exposer succinctement.

Numéros d'ordre des étables	Nombre de vaches	Races	Nourriture
1	11	Comtoises.	foin, son, farine et un peu d'herbage...
2	12	Comtoises	Id.
3	3	Piémontaises	Id.
4	8	Savoyardes	son, fourrage
5	5	4 Comtoises, 1 Hollandaise	Id.
6	15	11 Comtoises, 2 Hollandaises, 2 Savoyardes.	son, foin, pain
7	7	5 Savoyardes, 1 Comtoise, 1 Hollandaise...	Id.
8	5	Savoyardes	foin, son
9	7	Comtoises	foin, son, légumes
10	10	9 Comtoises, 1 Hollandaise	foin, son, betteraves
11	6	—	foin, son farine
11 bis	2	—	Id.
12	6	2 Comtoises, 2 Hollandaises	foin, son, herbage
13	10	—	Id.
14	8	—	foin, son, pain, farine
15	7	5 Comtoises, 1 Hollandaise, 1 Piémontaise.	Id.
16	10	—	son, foin, farine
17	8	—	Id.
18	5	2 Piémontaises, 2 Hollandaises, 1 Comtoise	Id.
19	5	4 Comtoises, 1 Piémontaise	foin, son, tourteaux
20	6	—	foin, son, farine, herbage
21	4	—	—
22	4	1 Suisse, 3 Comtoises	foin, son, pain, farine
23	10	8 Comtoises, 2 Hollandaises	Id.
24	10	9 Comtoises, 1 Hollandaise	foin, son, pain, farine, courges
25	10	2 Hollandaises, 1 Flamande, 1 Comtoise...	foin, son, farine, drèches, betteraves ...
26	4	—	son, fourrage, seigle

e Mélange

TABLEAU I

	Age	Production moyenne en 24 heures en litres	Δ	Densité	Extrait	Beurre	Cendres	Lactose anhydre	Acidité	Matières albuminoïdes totales	Densité du lacto-sérum	Extrait débeurré
..	5 à 12	130	— 0.555	1032	135.1	40.3	7.9	52.08	1.71	32.7	1030.6	94.8
	4 à 7	180	— 0.555	1031.8	131.5	39.7	7.3	54.39	1.6	—		91.8
	10 à 12	32	— 0.555	1032.6	133	40.8	7.36	53.10	1.63			92.2
..	5 à 15	88	— 0.53	1030.9	139.8	41.7	6.8	54.5	1.57	35.6		98.1
	4 à 6	60	— 0.555	1032.4	134.7	42.7	7.1	49.15	1.7	35		92.0
..		130	— 0.56	1032.9	127.5	35.8	6.5	51.51	1.57	30.5		91.7
	5 à 8	60	—	1034	126.2	34.7	7.5	50.39	1.75	32.5		91.5
..	—	40	— 0.555	1034	130	35.7	7.1	50	1.66	34.6	1031	94.3
..	4 à 9	130	— 0.55	1034.5	148	48.6	7.3	51.36	1.60	39.6		99.4
..	4 à 8	120	— 0.555	1033.4	123.7	32.2	7.2	50.1	1.66	32.6	1030.2	91.5
..	5 à 6	80	— 0.55	1033	134.9	40.6	8.1	47	1.75	35		94.3
	—	16	— 0.55	1033.9	127.1	36.2	10.00	46.2	1.93	31.2		90.9
..	4 à 10	80	— 0.56	1034	134.6	40.8	7.4	48.97	1.8	33.42		93.8
	8 à 10	80	—	—	127.7	38.6	7.1	47.76	1.44	31.8		89.1
..	5 à 10	80	— 0.53	—	142.2	44.9	7.4	49.31	1.66	38.2		97.3
	5 à 11	85	— 0.56	1033.1	131.3	39.9	7.6	49.16	1.33	32.8		91.4
..	8 à 10	80	— 0.555	1031.5	140	46.6	7.55	46.73	1.75	34	1030.2	93.4
	—	80	— 0.555	1031.8	144.9	49.3	7.1	46.64	1.66	40.85	1030	95.6
	7 à 20	56	—	1033	128.6	37.8	7.2	48.12	1.62	30.8	1030.2	90.8
..	—	40	— 0.555	1031.8	131.2	41.3	7.1	48.52	1.53	33.4		89.9
..	—	60	— 0.55	1034.1	126.8	38.3	9.85	47.62	1.53	30		88.5
	—	—	— 0.56	—	144.5	48.9	7.25	49.17	1.75	37.8		95.6
..	—	65	— 0.55	—	126.6	37.1	7.65	49.87	1.71	31.2	1031	89.5
	—	110	— 0.555	1034	132.4	38.4	6.8	50.17	1.66	34.2	1032.7	94.0
..	—	100	— 0.555	1032.4	139.6	45.9	8.10	47.37	1.75	37.5	1030.9	93.7
..	—	120	— 0.56	1032.3	128	39.8	7.25	50.12	1.62	28.8	1029.5	88.2
..	4 à 5	—	— 0.55	1033	135.6	45.6	7.4	48.4	1.53	34.4	1030.6	93.1

Numéros d'ordre des étables	Nombre de vaches	Races	Nourriture
27	7	6 Comtoises, 1 Suisse	foin, farine, herbage
28	14	1 Suisse, 13 Comtoises	foin, farine, herbage et courges
29	5	—	son, foin, betteraves
30	4	Meusiennes	foin, son, seigle
31	7	1 Hollandaise, 6 Comtoises	foin, son, drêches, betteraves
32	9	Hollandaises et Suisses	foin, son, farine, courges
33	10	1 Hollandaise, 9 Comtoises	Id.
34	9	—	son, foin, farine
35	4	—	Id.
36	6	1 Suisse, 5 Comtoises	foin, son, farine, tourteaux
37	4	—	foin, son, farine, courges
38	7	—	Id.
39	14	—	foin, son, farine, courges, pain
40	2	—	Id.
41	9	Comtoises	foin, son, seigle, courges, pain

de Mélange

TABLEAU II

	Age	Production moyenne en 24 heures en litres	Δ	Densité	Extrait	Beurre	Cendres	Lactose anhydre	Acidité	Matières albuminoïdes totales	Densité du lacto-sérum	Extrait débeurré
....	5 à 7	80	— 0.555	1032.3	134.75	43	7.35	49.7	1.53	29.8		91.75
....	—	150	— 0.55	1033	134.1	41.1	7.22	49.05	1.89	33.20	1031	93.0
....	—	50	— 0.55	1033.8	121.2	30.8	7.45	49.08	1.57	29.2		90.4
....	4 à 7	65	— 0.55	1031.7	127	38.1	7.25	49.7	1.62	29.4		88.9
....	—	80	— 0.545	1031.8	128	39.1	7.25	48.14	1.62	29.6		88.9
....	—	120	— 0.56	1034.3	133.4	41.8	7.35	50.94	1.75	31.2		91.6
	4 à 8	140	— 0.55	1031.2	130.8	40	7.40	50.17	1.66	31.6	1029.7	90 8
....	—	110	— 0.56	1033.3	122.5	36	7.8	48.68	1.66	29.4		86 5
	—	50	— 0.55	1033.3	134	41.5	7.15	49.54	1.71	33.4	1030.4	92.5
....	—	60	— 0.55	1031.2	131.8	40.6	7.5	50.12	1.62	30.6		91.2
....	—	50	— 0.55	1033.3	110.1	21.3	6.85	50.51	1.66	29.8	1028.8	88.8
	—	110	— 0.56	1032.1	124	35.9	7.6	47.82	1 57	30.8	1028.2	88.1
....	—	220	— 0.56	1032.	132.8	43.2	7.6	49.88	1.71	30.4	1027.6	89.6
	—	28	— 0.57	1029.1	131.2	41.4	7.4	49.7	1.53	28.8	1028.5	86.8
....	—	150	— 0.555	1032.8	133.5	42.5	7.30	49.45	1 62	32	1028.7	91.0

Numéros d'ordre des étables	Races	Nourriture
1	Comtoise	
2	Comtoise	
5	Hollandaise	
7	Savoyarde	
8	—	
9	Comtoise	
7	—	
7	—	
12	Hollandaise	
15	Piémontaise	
18	Hollandaise	
19	Piémontaise	
20	?	
21	?	
22	Hollandaise	
22	Suisse	
22	Hollandaise	
23	—	
24	Comtoise	
25	—	
26	—	
27	Suisse	
28	—	
30	Meusienne	
31	Hollandaise	
32	—	
33	—	
35	Suisse	
37	—	

Se reporter aux tableaux des laits de mélange.

TABLEAU III

Age	Production moyenne en 24 heures en litres	Δ	Densité	Extrait	Beurre	Cendres	Lactose	Acidité	Matières albuminoïdes totales	Densité du lacto-sérum	Extrait débeurré
—	10	— 0.56	1032.1	140.3	41.6	7.5	51.2	1.71	36.7	1031	98.7
5	15	— 0.57	1031	127.1	39.3	6.55	52.4	—	—		87.8
5	—	— 0.555	1033.3	133.3	40	8.30	51.09	—	32.7		93.3
—	—	—	1034	124.5	29.2	7.6	50.31	1.75	34.5	1030.4	95.3
—	10 à 11	— 0.555	1033.4	142.6	43.2	8.25	49.83	1.98	40	1031.2	99.4
5	17	— 0.56	1034	163.1	54.2	9.10	51.36	—	46.2		108.9
8	—	— 0.56	—	173.1	60.1	8 9	41.1	1.39	48.9		113.
10	—	— 0.56	1033.4	108.8	24.6	6.6	45.12	1.44	26		84.2
—	20	— 0.56	1031.6	120.5	33.3	9.8	45.82	1.75	29.3		87.2
7	6 à 7	— 0.555	1033.7	139.7	39.7	10.1	49.57	1.66	36		100.0
20	18	—	1033	127.8	37.3	7.15	51.85	1.53	29	1031.2	90.5
—	6	— 0.545	1033	120.7	31.8	7.1	48.48	1.44	31.6		88.9
—	—	— 0.555	1032.6	147.3	55.5	6.50	50.24	1.48	33.4		91.8
—	16	— 0.56	—	145.3	46.4	8.65	50.4	2.29	37	1032.9	98.9
6	5 à 6	— 0.55	1030.5	121	35.4	7.6	45.84	1.57	31	1029.4	85.6
5	8 à 10	— 0.535	1030.4	123.9	39.4	7.1	44.98	1.53	27.2	1028.7	84.5
7	9 à 10	— 0.55	1033.6	139	44.7	7.45	48.4	1.57	36.2	1031.6	94.3
—	—	— 0.56	1033.2	133.9	38.3	7.25	52.37	1.84	33.8	1031	95.6
—	13 à 14	— 0.55	1033.2	126.4	36	7.55	50.02	1.75	32	1029.8	90.4
—	—	— 0.56	1031	131.9	45.2	7.3	50.75	1.75	26.8	1029.4	86.7
4 à 5	—	— 0.555	1033	134.3	41	7.5	49.7	1.53	33.4	1031	93.3
8	10 à 12	— 0.57	1033.2	146.7	47.3	6.35	50.8	1.98	39.4		99.4
—	-	— 0.565	1033	117.1	22.9	7.65	51.03	1.84	28	1031.4	94.2
5	15	— 0.555	1033	128.4	36.3	7.3	48.87	1.7	27.6		92.1
—	10	— 0.565	1032.1	124.4	37.2	8.3	49	1.84	26.2		87.2
—	12	— 0.56	1033.6	148.9	52.5	7.6	49.71	1.89	37 4	1030	96.4
4	15	— 0.56	1030.8	118.4	31.8	7.7	47.62	1.8	29.4		86.6
—	9 à 10	— 0.555	1031	147.2	53	7.65	48.11	1.57	37.1	1030.2	94.2
—	10	— 0.55	—	109.2	18.5	7.3	50.3	1.57	30.6	1029	90.7

*
* *

Cryoscopie.

La recherche du point de congélation, en tant que méthode d'analyse appliquée au lait, est due à Winter (1).

Les premières recherches cryoscopiques furent faites de 1893 à 1895. Elles n'eurent pas exclusivement pour objet la cryoscopie du lait, mais s'appliquaient aux divers liquides de l'organisme : sérum sanguin, sérosité, urine, bile, etc.

Dans son mémoire de 1895, M. Winter s'exprimait ainsi : « Le sérum sanguin et le lait ont la même température de congélation, et cette température à l'état physiologique est constante; elle est la même chez toutes les espèces animales examinées. Cette constante thermique répond à la température de 0°555.

» Elle est difficile à tourner par la fraude, car elle exige, pour dépister l'indication thermométrique, l'emploi de solutions isotoniques avec le lait; il faut donc que ces solutions de fraude soient préparées avec soin. »

Depuis 1895, de nombreux chimistes ont étudié, d'une façon toute spéciale, cette constante physique du lait. *En suivant la même technique*, en opérant sur des laits provenant d'animaux de races diverses soumis à des nourritures variées et habitant des régions souvent fort

---

(1) Winter. — C. R. Ac. des Sciences, nov. 1896, et Revue internationale des falsifications, nov. 1903 et janvier 1904.

éloignées les unes des autres, les chimistes ont retrouvé les mêmes chiffres.

Toutes ces études ont montré « que le lait à l'état frais ou fraîchement trait, qu'il provienne d'une femelle laitière quelconque, de bonne ou de mauvaise race, de région ou de pays les plus divers, de bêtes en stabulation ou aux pâturages, que la nourriture ait été substantielle ou non, que le lait ait été recueilli à une époque proche ou éloignée de la parturition, d'hiver ou d'été, du matin ou du soir, peu ou très abondant, le point de congélation reste invariable et n'oscille que très peu autour de — 0°55 ; alors que, sous les diverses influences, la composition chimique peut varier dans des proportions énormes, allant même du simple au double pour certains éléments. Une seule condition doit être indispensable : la bête doit être saine, car certains états pathologiques détruisent l'équilibre osmotique des liquides de l'organisme et, par suite, modifient leur point de congélation (1). »

En opérant toujours sur des échantillans frais, datant de moins de deux heures et mis dans la glace aussitôt le prélèvement, nous avons toujours constaté pour les laits de ménage un point cyroscopique compris entre 0°53 et 0°57. Le Δ le plus fréquent a été 0°55 et, une seule fois seulement (étable n° 40), nous l'avons trouvé égale à 0°57 ; encore faut-il noter que cette étable ne se composait que de deux vaches laitières.

Pour les laits individuels, les variatiations des Δ ont

---

(1) L. Stœcklin. — La cryoscopie du lait (Annales des falsifications, mai 1911).

été de même ordre, mais plus nombreuses que pour les laits de mélange.

Comme il est actuellement prouvé que les divergences obtenues dans l'application de cette méthode de recherche tenaient à des modes opératoires variables, il importe, pour obtenir des résultats comparables, de suivre toujours exactement la même technique. Nous avons suivi celle de M. Winter et nous en reproduisons, extrait de son étude publiée en 1903 et 1904 dans la Revue internationale des falsifications, le résumé indispensable à connaître.

Comme dans la pratique on a presque toujours une série d'échantillons à examiner, on commence par les refroidir tous dans l'eau glacée, les éprouvettes contenant les laits étant bouchées. On les amène ainsi au voisinage de 0° et les opérations suivantes s'effectuent avec grande rapidité.

Pour déterminer le Δ, on porte l'éprouvette ainsi refroidie directement dans le mélange réfrigérant sans couche protectrice intermédiaire. Le mélange réfrigérant est formé de glace pilée et de gros sel (une partie de gros sel pour 3 ou 4 parties de glace concassée) disposés en couches alternatives. On agite en élevant l'agitateur à raison de deux ascensions par seconde environ et cela jusqu'à ce que la colonne thermométrique s'arrête, soit après une surfusion quelconque, soit sans surfusion.

On note ce point d'arrêt qui constitue un repère inférieur, voisin du point cherché. Dans le cas de l'eau distillée, ce point est exact et représente *le zéro du thermomètre à ce moment.*

Pour le lait, on procède à la rectification de cette première lecture. Pour cela, on retire le tube du mélange

réfrigérant et on l'échauffe doucement en manœuvrant l'agitateur, ou même, si le mercure tarde à monter, en le prenant quelques instants dans la main gauche par sa partie refroidie et en agitant de l'autre main. De la sorte, on fait fondre rapidement la majeure partie de la glace formée.

Dès que la colonne de mercure s'élève de 5 à 6 dixièmes de degré, on cesse de l'échauffer avec la main, tout en continuant l'agitation ; si elle tend aussitôt à monter davantage, ou ne redescend pas de suite de 2 ou 3 centièmes, c'est qu'on touche à la limite de la glace.

On replonge aussitôt l'éprouvette dans le réfrigérant pour éviter la fusion totale des cristaux, et on observe attentivement la chute du mercure, tout en agitant à raison d'environ deux coups d'agitateur par seconde. En quelques secondes le mercure redescendu se fixe. On s'en aperçoit à ce que deux ou trois coups d'agitateur ne font plus varier la colonne mercurielle ; on cesse aussitôt toute agitation et on lit. Après une ou deux minutes d'attente on fait une nouvelle lecture ; la colonne n'aura pas bougé. Parfois, quoique très exceptionnellement pour le lait, elle s'est relevée d'un demi ou d'un centième vers le zéro ; on prendra définitivement la température lue.

Si, au lieu de rester stationnaire, ou de se relever tant soit peu pendant la minute d'attente, le mercure baisse davantage, il faut recommencer le contrôle.

Une seule correction est indispensable en cryoscopie, c'est la correction du zéro. Avec le thermomètre à échelle mobile, cette correction se fait sans aucun calcul. Il suffit de faire un essai cryoscopique avec l'eau distillée et de fixer le zéro de l'échelle au point d'arrêt exact de la colonne de mercure. Ce point est invariable

durant toute la durée de la solidification ; il est donc très facile à fixer.

Il importe, dans les essais, de rendre constantes toutes les variables extérieures : température du refrigérant, dimensions de l'éprouvette cryoscopique et surtout le volume du liquide employé. Ce volume doit être d'environ 50 cc. C'est là une condition essentielle, et c'est pour avoir opéré avec un point de surfusion quelconque non rectifié et surtout avec de trop faibles quantités de liquide, que beaucoup d'observateurs ont trouvé, pour le lait pur, des nombres variables, assez élevés, jusqu'à — 0°60 (1).

Il est aujourd'hui bien démontré, qu'en suivant exactement cette technique, la constatation du point cryoscopique faite sur un échantillon de lait frais, constitue la constante du lait la plus fixe, et que c'est là le moyen le plus simple, le plus sûr et en même temps le plus rapide de reconnaître le mouillage des échantillons de laits marchands.

Nous étudierons, dans la seconde partie de notre travail, l'application de la méthode cryoscopique aux échantillons conservés en vue d'expertises légales.

Densité.

Il y a lieu de considérer la densité du lait complet et celle du lacto-sérum, c'est-à-dire du lait privé de sa matière grasse et d'une grande partie de sa caséine.

---

(1) P. Gouirand.— Thèse de Doctorat en pharmacie. Montpellier, 1912.

Bien que la densité du lait complet entre fort peu en ligne de compte dans les conclusions que l'expert doit tirer de son analyse, puisque ses variations peuvent être annihilées par la double fraude d'écrémage et de mouillage, nous l'avons cependant toujours recherchée. Le plus ordinairement nous avons employé, pour la déterminer, le densimètre spécial de Bouchardat et Quevenne ; quelquefois nous nous sommes servi de la balance aérothermique de Mohr.

Tout au contraire, ainsi que l'a démontré M. le professeur Sambuc, la densité du lacto-sérum a une réelle valeur et doit être prise en sérieuse considération dans la recherche du mouillage.

Ces résultats ont été confirmés par M. Bonn, directeur du laboratoire municipal de Lille, qui a essayé cette méthode sur plus de 3.000 laits et l'a toujours trouvée en concordance parfaite avec les données de l'analyse complète.

M. le professeur Denigès à ce propos s'exprime ainsi : « A l'inverse des procédés de recherche de mouillage par la prise directe de leur densité, les procédés pour la détermination du mouillage, fondés sur la prise de la densité du lait débarrassé de sa matière grasse et d'une partie de ses matières albuminoïdes, ont une valeur réelle : tel est le cas du procédé Sambuc (1). »

Le procédé Sambuc consiste à coaguler le lait porté à 40 ou 50° par une quantité déterminée (2 cc. pour 150 cc. de lait) de solution alcoolique d'acide tartrique de densité 1030 à 1032.

Lorsque le lait a atteint la température voulue, on le

---

(1) G. Denigès. — Chimie analytique, 1898, p. 698.

retire du feu et on l'agite avec un petit balai d'osier autour duquel s'amasse le caillot de caséine et de matière grasse. On passe à travers un linge fin, on refroidit à 15° et l'on prend la densité.

Nos résultats sont conformes à ceux trouvés par M. le professeur Sambuc. Aucun lacto-sérum de lait authentique ne présente une densité inférieure à 1027.

La densité la plus faible (1027,6) a été donnée par le lait de mélange n° 37.

En raison du faible volume de quelques-uns de nos échantillons, il ne nous a pas toujours été possible de rechercher cette constante : 200 cc. de lait sont, en effet, nécessaires pour cette seule recherche.

Extrait sec.

C'est en suivant exactement la méthode officielle française que cette détermination a été faite.

L'extrait ainsi obtenu est un extrait conventionnel.

Il est prouvé que son poids ne représente pas exactement la somme des composants du lait. Il est peut-être moins exact que le poids donné par l'évaporation complète dans le vide sulfurique ; cependant, nous avons choisi cette méthode officielle, parce qu'elle est plus rapide et, surtout, parce qu'elle a été et est encore presque exclusivement employée par les chimistes qui ont établi des moyennes régionales ; enfin, parce qu'elle nous a permis de rechercher si, pour notre région, l'extrait dégraissé avait, pour les laits authentiques, la constance remarquable signalée par Bonn (1) pour les laits de la région du Centre et du Nord.

(1) Bonn. — Traité pratique d'analyse des denrées alimentaires, 1908.

Cet auteur dit, en effet : « Qu'il a été constaté par M. Gros, directeur du laboratoire municipal de Clermont, à la suite de milliers d'analyses, que, dans les laits purs (écrémés ou non) le chiffre fourni par l'extrait dégraissé est toujours égal à 90 par 1000 cc. de lait.

» Nous avons pu également faire cette constatation sur plus de 3000 analyses de laits. Ce chiffre 90, *qui est une véritable constante des laits purs,* s'abaisse avec addition d'eau et tend de plus en plus à se rapprocher de zéro, avec la teneur de plus en plus grande en eau. »

Nos résultats ne nous permettent pas d'être aussi affirmatif. En effet, s'il est vrai que nos moyennes sont toujours supérieures à 90, nous avons constaté que cet extrait débeurré peut s'abaisser, pour certain lait de mélange, jusqu'à 86,5, et même jusqu'à 84,2 pour un lait individuel.

Ces résultats ont leur importance.

Pour notre région, ils ne permettent pas à l'expert de conclure à un mouillage, lorsque l'analyse d'un lait ne lui donne pas, pour l'extrait débeurré, un chiffre inférieur à 86,5.

Dans certaines régions de France, les moyennes d'extrait débeurré sont mêmes inférieures à 90 (Bordeaux, Environs de Paris, Oise, Amiens).

QUELQUES MOYENNES RÉGIONALES

(France)

	Δ	Densité	Extrait	Beurre	Extrait débeurré	Cendres	Lactose	Albuminoïdes totaux (dosage)	Albuminoïdes par différence
Paris	— 0.55	1033	130	40	90	.6	50		34
Lyon			130	40	90	7	50		35
Environs de Paris		1031	128	41	87	7.4	49.5		33.2
Bordeaux	— 0.585		124.9	37	87.9	6.5	47.7		33.25
Amiens			125.4	37.6	87.8	6.8	47		34.3
Montpellier	— 0.55	1031.9	140	45.3	95.3	7.44	47.8	30.6	37
Reims	— 0.55		125.72	36.4	89.32	6.6	49		33.5
Nancy	— 0.548	1031	133.18	40.38	92.80	7.31	45.6		39.7
Oise		1031.8	124.9	38.3	86.6	7.6	47.7		33.15
Cher		1032.5	133.2	42.1	91.1	7.6	48.9		35.2
Beauce		1032	131.5	38.9	92.6	7.6	49.3		34.7
Indre	—	1033	131.4	40.1	91.3	7.1	49.7	—	34.8
Savoie		1032.4	133.9	42.7	91.2	7.4	51		35.2
Sologne			138.4	46.6	91.8	8.7	48.8		35.1
Basses-Pyrénées		1032.4	133.6	40.9	92.7	7	51.6		33.9

Dosage de la matière grasse.

Au point de vue de l'exactitude des résultats obtenus, il est admis que les méthodes de dosage pondérales l'emportent en précision sur les méthodes volumétriques.

Préoccupé du choix d'un procédé assez rapide et cependant exact, nous avons laissé de côté ces dernières, pour rechercher seulement, parmi les procédés gravimétriques, ceux qui présentaient ce triple avantage : l'exactitude, la rapidité et l'emploi d'appareils simples et peu coûteux.

La méthode d'Adam répond à ces desiderata. Elle est exacte.

Si l'on a soin de mesurer le lait avec une pipette vérifiée et très exacte, au lieu de l'aspirer dans l'appareil d'Adam et de le mesurer en se servant de sa graduation, si l'on prend toutes les précautions indiquées par l'auteur de la méthode et sur le détail desquelles il serait trop long d'insister, on obtient des résultats extrêmement voisins de ceux donnés par la méthode d'épuisement.

Nous reproduisons d'après M. P. Gouirand (1) quelques résultats fournis par la méthode d'épuisement, la méthode officielle par centrifugation et le procédé d'Adam.

---

(1) P. Gouirand. — Thèse de Doctorat en pharmacie. Montpellier, 1912.

	Lait n° 1	Lait n° 2
Méthode officielle (centrifugation)	3,25 °/₀	2,75 °/₀
Méthode officielle (Soxlhet)	3,35 »	2,85 »
Méthode d'Adam	3,34 »	2,85 »

Nous trouvons un autre exemple de l'exactitude de cette méthode dans un travail récent publié par M. G. Hinard (Annales des falsifications, n° 54, p. 235) :

Matière grasse

Méthode d'Adam	Par épuisement
31,3 °/₀₀	31,3 °/₀₀
31,3	31
33,5	33,7
32,3	32,6
32,7	32,9
33,5	33,8
30,9	30,8

Nous ne saurions mieux faire, au sujet de cette méthode de dosage de la matière grasse, que de rapporter l'opinion d'un nos anciens maîtres, M. le professeur A. Florence de l'Université de Lyon : « Cette admirable méthode est plus qu'un perfectionnement du procédé Marchand; elle représente une analyse du lait fort élégante et d'une *très grande précision,* contrôlée depuis son origine par un très grand nombre de savants qui ont tous été unanimes à affirmer que les résultats

obtenus concordent parfaitement avec les analyses immédiates les plus rigoureuses (1).

Cette méthode est rapide. En moins de deux heures, une opération bien conduite donne la teneur en beurre du lait en expérience.

Enfin, elle ne nécessite aucun outillage spécial : une pipette de 10 cc. et une petite boule à décantation, instruments qui se trouvent dans tout modeste laboratoire, sont seuls nécessaires.

La moyenne de matière grasse de tous les laits de mélange que nous avons examinés et de 39 gr. 95 par litre.

L'examen de nos tableaux apporte une fois de plus la preuve que, de tous les constituants du lait, le beurre est celui qui est sujet aux plus grandes variations.

Dosage des matières albuminoïdes totales.

Par matières albuminoïdes totales nous entendons, avec Duclaux, « tout ce qui, dans le lait, filtré ou non, n'est ni beurre, ni sucre de lait, ni sels minéraux ».

Comme conséquence de sa définition Duclaux ajoutait : « Nous avons donc là un procédé de dosage facile de cette substance : dosage par différence. »

Dans presque toutes les analyses du lait, faites en vue de l'établissement des moyennes régionales, la détermination des matières albuminoïdes a été faite par différence. Nous pensons que cette manière de procéder est défectueuse et donne des résultats par trop inexacts.

---

(1) A. Florence. — Travaux pratiques de chimie analytique. Lyon, 1891.

Nous avons vu que l'extrait sec n'avait qu'une valeur conventionnelle ; en outre, il contient des produits qui ne sont ni du beurre, ni du lactose, ni des matières albuminoïdes et qui sont détruits par la calcination ; de plus, cette calcination, telle qu'elle est faite d'habitude et telle que nous l'avons faite pour la détermination des cendres, fait perdre une partie des chlorures.

Il y a donc nécessité de doser les matières albuminoïdes totales d'une façon aussi exacte que possible.

Entre bien des méthodes, nous avons choisi le procédé Trillat et Sauton que nous pratiquons depuis sa publication.

Dans le dosage de la matière grasse par le procédé Adam, lorsque la couche butyreuse est bien séparée de la partie aqueuse, nous recueillons cette dernière dans un ballon jaugé à 100 cc. et complétons à ce volume avec l'eau de lavage, puis avec de l'eau distillée. 50 cc. sont prélevés à la pipette et mis dans un becherglass.

On chauffe au B. M. jusqu'à disparition de l'ammoniaque, puis on porte à l'ébullition durant cinq minutes; le liquide est ensuite additionné de cinq gouttes de formol du commerce.

Il est de toute importance d'observer que cette addition de formol doit avoir lieu après l'ébullition ; sans cette précaution, une partie de la matière albuminoïde échapperait à la précipitation. On laisse bouillir encore deux à trois minutes; on abandonne au repos pendant cinq minutes, puis on traite le liquide par 5 cc. d'acide acétique à 1 %. On agite au moyen d'une baguette de verre. Il se forme un précipité pulvérulent qu'on recueille sur un filtre taré, de petites dimensions. On lave à l'eau

distillée, on dessèche à l'étuve à 75-80° et l'on pèse (1).

Afin d'être bien sûr du départ de l'ammoniaque provenant de la liqueur d'Adam, nous faisons l'évaporation en additionnant le liquide d'une goutte de solution de phénol-phtaléine, et, comme cette évaporation est assez longue et que le liquide diminue sensiblement, nous le maintenons à son volume primitif par additions successives de petites quantités d'eau distillée.

Les auteurs de ce procédé ont établi, par de très nombreux dosages, que l'insolubilisation de la caséine par la formaldéhyde ne fait pas varier de poids d'une manière apparente les matières albuminoïdes et que cette variation est inférieure aux erreurs de pesées.

Ce procédé a le grand avantage de donner un précipité grenu de filtration facile et rapide.

Nous avons constaté que, pour les laits individuels, 7 fois sur 29, c'est-à-dire en moyenne 24 °/₀, la teneur de la caséine est inférieure à 30 gram. par litre de lait. Un lait n'a donné que 26 gr.2 de matières albuminoïdes.

Si nous considérons nos laits de mélange, nous voyons que, pour 42 échantillons, 8 ont une teneur de caséine inférieure à 30 gram. (soit 19 °/₀), avec un minimum de 28 gr. 8.

Ceci prouve que, pour notre région, le poids de cet élément n'a pas la fixité constatée par de nombreux chimistes.

M. Lajoux, directeur du Laboratoire municipal de Reims, a constaté que la quantité de caséine ne descend

---

(1) Trillat et Sauton. — Le dosage de la matière albuminoïde du lait (Annales de l'Institut Pasteur, 1906, p. 991).

jamais au-dessous de 30 gram. par litre *pour les laits purs*, même pauvres, et il conclut que « tout lait qui contient moins de 30 gram. de caséine doit être considéré comme suspect de mouillage ».

Le docteur Bordas (1) est encore plus affirmatif : « La quantité de caséine trouvée pour un lait peut servir efficacement à déterminer le mouillage ; c'est un des éléments les plus constants. La quantité moyenne de caséine est de 33 gr. par litre, et ce chiffre ne tombe jamais au-dessous de 30. »

Assurément le chiffre de caséine est un précieux élément d'appréciation, mais seul, il ne peut dicter une conclusion dans la recherche du mouillage, au moins pour les laits de notre région.

Détermination des cendres.

Nous les obtenons par incinération de l'extrait de 10 cc. de lait selon les prescriptions de la méthode officielle française.

Dosage du lactose.

Suivant les indications données par M. le professeur Denigès (2), nous éliminions la matière grasse et la caséine en mesurant 10 cc. de lait dans un matras jaugé de 100 cc. ; ajoutant 5 cc. d'une solution de métaphos-

(1) Bordas et Touplain. — Laiterie, 1913, p. 78.
(2) Denigès. — Chimie analytique, 1898, p. 683.

phate de soude à 3 °/₀, puis environ 70 cc. d'eau distillée. Enfin en ajoutant 0 cc. 5 d'acide chlorhydrique et complétant le volume exactement à 100 cc. avec de l'eau distillée.

Après agitation, ce mélange est filtré. Cette opération se fait promptement et donne un filtratum absolument liquide renfermant le lactose des 10 cc. de lait.

Le dosage du lactose se fait alors en suivant le procédé officiel, c'est-à-dire sur 10 cc. de liqueur de Fehling correspondant à 0 gr. 050 de glucose ou 0 gr. 0657 de lactose anhydre.

Nos résultats sont exprimés en lactose anhydre. Nous faisons toujours précéder le dosage du lactose du titrage de l'acidité, et lorsque cette dernière est supérieure à 1 gr. 50 d'acide lactique par titre, nous transformons cet excès d'acide lactique en lactose anhydre que nous ajoutons à celui donné par le dosage du Fehling ; sachant que 1 gramme d'acide lactique correspond à 1 gramme de lactose hydraté et à 0 gr. 95 de lactose anhydre.

Dosage de l'acidité.

Nous l'avons toujours mesurée par le procédé officiel, en ayant la précaution de nous placer en très bonne lumière et en mettant à côté du lait en expérience et dans un verre absolument semblable, le même volume de lait pur. Le début de la faible teinte rosée est, ainsi, plus facile à saisir avec ce point de comparaison.

*
* *

Tels sont, brièvement exposés, les procédés que nous avons suivis pour la détermination des constantes de nos échantillons authentiques prélevés durant l'année 1912.

Les moyennes obtenues, pour les laits de mélange, sont sensiblement les mêmes que celles que nous avions trouvées en 1904 et qui étaient :

Densité	1031
Extrait	135,6
Beurre	41,6
Lactose	50,48
Cendres	7,39
Extrait débeurré	94
Δ	0°55

Tous ces chiffres constituent un ensemble de données que nous croyons suffisantes pour dépister les deux fraudes les plus courantes et pour ainsi dire exclusivement pratiquées jusqu'à aujourd'hui dans le commerce de la laiterie : le mouillage de l'écrémage.

En ce qui regarde la richesse en matières grasses, les conclusions de l'expert sont faciles : le Comité d'Hygiène et de Salubrité de la Principauté a fixé le chiffre minimum que doit avoir un lait pour être vendu dans la Principauté et les tribunaux reconnaissent ce chiffre. Tout lait marchand doit avoir 35 grammes de beurre par litre, et la vente du lait écrémé n'est pas autorisée.

Mais, s'il s'agit de conclure à un mouillage, l'expert n'a comme guide que les moyennes.

En effet, en raison de l'origine étrangère à la Principauté des laits qui y sont vendus, on ne peut songer, en cas d'expertise, comme on tend à le faire de plus en plus en France pour les laits provenant directement de chez les nourrisseurs, à prélever un type de comparaison.

Les agents assermentés à Monaco ne peuvent instrumenter en France, et force est à l'expert de se servir de minima et des moyennes pour constater et évaluer le mouillage.

Moyennes, Minima, Maxima

Tableau IV

		Δ	Densité	Extrait	Beurre	Cendres	Lactose	Albuminoïdes totaux	Extrait débeurré
Laits de mélange	Moyennes.....	— 0.553	1032.6	131.77	39.95	7.46	49.5	33.44	91.82
	Maxima.....	— 0.57	1034.5	148	49.3	10	54.5	40.85	99.6
	Minima.....	— 0.53	1029.1	110.1	21.3	6.5	46.2	28.8	86.5
Laits individuels	Moyennes.....	— 0.556	1032.5	133.04	39.8	7.71	49.18	33.4	93.24
	Maxima.....	— 0.57	1034	173.1	60.1	10.1	52.4	48.9	113
	Minima.....	— 0.535	1030.4	108.8	18.5	6.35	41.1	26	84.2

II

Conservation des échantillons destinés aux expertises légales

Avant de conserver les échantillons de lait destinés aux expertises au moyen d'un antiseptique on a utilisé la réfrigération.

C'est le procédé qu'a employé le laboratoire municipal de Paris, où une installation spéciale avait été faite par M. le directeur Girard. Le lait y était congelé à —15°.

Ce moyen de conservation exige une installation coûteuse et n'assure pas le bon état des échantillons au delà de trois semaines ; souvent même, en peu de temps il se produit de telles modifications dans l'échantillon que, lorsqu'on le ramène, pour les besoins de l'analyse, à la température ambiante, il se coagule presque immédiatement. Aussi ce procédé est peu employé et l'on a généralement recours aux antiseptiques pour garder en bon état de conservation les échantillons qui doivent être l'objet d'analyses tardives.

Le décret du 31 juillet 1906, en application de la loi du 1er août 1905, prescrit l'addition d'une pastille de bichromate de potasse de 1 gr. par litre de lait.

Antérieurement à son application officielle en France, ce produit avait été préconisé par différents chimistes : le docteur Frésénius (Wiesbaden), le docteur Liebermann (Budapest), le docteur Themis (Louvain), le chimiste Ferreira da Silva (Porto) ; en France, par MM. Magnier de la Source, Rocques, Villiers.

A l'usage, il n'a pas donné les résultats que l'on espérait et, depuis six années qu'il est utilisé en France, bien des récriminations justifiées se sont élevées contre son emploi. A l'heure actuelle, bien des chimistes s'accordent à reconnaître que cet antiseptique à la dose de 1/1000 est un médiocre agent de conservation. Les inconvénients sont multiples.

Après un mois, on peut être certain que les éléments du lait commencent à se modifier dans leur constitution (1).

M. G. Hinard (2), dans une étude très précise des laits bichromatés examinés après des temps variables, conclut que : l'extrait total va en décroissant graduellement, que l'extrait dégraissé suit la même marche, que le beurre n'est pas d'une fixité immuable, que la caséine diminue très vite.

En ce qui concerne la matière albuminoïde précipitable par l'acide acétique, M. Defrance (3) a constaté que la

---

(1) Bordas et Touplain. — La laiterie, p. 78.

(2) Annales des falsifications, n° 54, p. 233.

(3) Defrance. — Thèse de Doctorat en pharmacie. Montpellier, 1908.

diminution de cet élément avait atteint 7 gr. 30 par litre sur un échantillon bichromaté de 31 jours. Même constatation a été faite par M. Gouirand (1).

L'emploi du bichromate de potasse, d'après M. Grelot (2), interdit les recherches cryoscopiques ; il fausse les titrages acidimétriques ; il permet au fraudeur d'employer le bichromate de potasse comme conservateur ou colorant.

Cependant M. Stœcklin a montré qu'il était possible, en tenant compte de l'acidité du lait et de sa richesse en bichromate de potasse, de retrouver le point cryoscopique initial du lait (3).

Le Δ observé doit subir : 1° une correction due à l'acidité propre du lait frais ; 2° une correction due à l'acide lactique formé après la traite ; 3° enfin une correction due à la présence de Cr^2O^7K en tant que sel.

Cette méthode donne de bons résultats, et tant que le lait bichromaté conserve sa fluidité il est possible de retrouver son Δ primitif. Malheureusement pour certains échantillons la coagulation des matières albuminoïdes se fait assez rapidement malgré l'addition de bichromate de potassium, la recherche de cette constante physique si précieuse est impossible.

En réalité, le bichromate de potassium ne fait que retarder plus ou moins longtemps l'altération du lait, mais il ne lui assure pas une conservation certaine pendant un temps suffisamment long.

---

(1) Gouirand. — Thèse de Doctorat en pharmacie. Montpellier, 1912.

(2) Grelot. — Journ. ph. et ch., n° 25, p. 369.

(3) Stœcklin. — Annales des falsifications, 1911, p. 232.

La recherche de l'antiseptique parfait est actuellement à l'ordre du jour.

Tout récemment, en mars dernier, au cours d'une séance de la Société des experts-chimistes de France, M. E. Roux, directeur du service de la répression des fraudes, a fort bien posé les conditions que devait remplir l'antiseptique employé à la conservation des échantillons de laits soumis à l'expertise : « Il s'agissait d'assurer la conservation des échantillons pendant un temps assez long..... Il s'agissait d'en trouver un dont l'emploi serait sans danger pour les agents, d'une addition facile et dont la présence dans le lait se trahirait par une modification d'aspect telle, que personne ne pourrait être tenté de boire les échantillons. En outre il fallait que le conservateur ne puisse pas gêner l'analyse. »

Nous pensons, avec MM. Dubois (1) et Denigès (2), que l'acide phénique en solution concentrée dans l'alcool fort répond à ces desiderata.

M. Dubois, en 1900, a étudié une série d'antiseptiques. Il a particulièrement expérimenté: l'essence de moutarde, qui, à la dose de 1/1000, conserve le lait un mois au maximum. L'essence de girofle, le camphre, l'essence de cannelle ont été trouvés de médiocres conservateurs.

Après avoir employé pour ses recherches l'eucalyptol, le mercure, le safrol, le thymol, le naphtalène, les naphtols, le nitrite d'amyle et enfin le phénol, ce chimiste est arrivé à conclure que seul ce produit donnait de vraiment bons résultats.

---

(1) Dubois.— Thèse de Doctorat en pharmacie. Bordeaux, 1900.

(2) E. Denigès. — Annales des falsifications, n° 50, décembre 1912.

Nous nous sommes servi, pour toutes nos expériences, d'acide phénique neigeux dissous dans l'alcool à 95°, d'après cette formule :

Acide phénique neigeux.....	50 gr.
Alcool à 95°.....	10 cc.

Ce mélange reste toujours limpide.

Les analyses ci-après, dues à M. Dubois, montrent que les laits additionnés de 1/100 de la solution ci-dessus n'ont subi, au bout d'un mois, aucun changement de composition.

	Lait frais (20 avril 1900)	Même lait phéniqué (25 mai 1900)
	—	—
Acidité.....	2,7	2,7
Lactose.....	47,49	47,45
Beurre.....	30	30
Caséine.....	32	32
Chlorures.....	4,35	4,35
Cendres.....	6,35	6,35
Extrait.....	120	120

	Lait frais (17 mai 1900)	Même lait phéniqué (3 juin 1900)
	—	—
Acidité.....	1,80	1,80
Lactose.....	46,85	46,80
Beurre.....	38,12	38,10
Caséine.....	32	32
Chlorures.....	3,50	3,50
Cendres.....	6,80	6,80
Extrait.....	126	126

Un échantillon de ce dernier lait phéniqué en 1900 a été retrouvé par M. le professeur Denigès en 1910 en parfait état de conservation et, après homogénéisation, a donné, à l'analyse, des résultats concordants d'une façon parfaite avec ceux de M. Dubois :

Acidité	1,85
Lactose	46,40
Beurre	37,90
Caséine	32
Cendres	6,75
Extrait	126,40

A notre connaissance, jamais pareil résultat n'a été obtenu ; aussi, dès la publication de l'article de M. Denigès (Annales des falsifications, n° 50), nous avons entrepris, en suivant cette méthode, une série d'essais avec le plus complet succès.

Ce qui rend cette méthode de conservation particulièrement précieuse, c'est d'abord le parfait état de conservation que présentent les échantillons même après des mois de séjour au laboratoire où la température est toujours élevée de 18° à 28°), puis l'absence de trouble quelconque apporté aux dosages chimiques.

La recherche de l'acidité, le dosage du lactose, du beurre, de l'extrait, des cendres se font exactement comme avec les échantillons frais.

Des échantillons phéniqués et bien bouchés depuis cinq mois sont à ce jour en parfait état.

Avant de procéder à l'analyse d'un lait ainsi conservé, une agitation un peu vive rassemble la matière grasse en une masse compacte d'apparence granuleuse. Pour lui redonner son homogénéité première, il faut laisser

séjourner quelques instants le flacon qui le contient dans un peu d'eau tiède (à 40° environ), puis l'agiter vigoureusement et le refroidir aussitôt.

Partant de l'observation de M. Stœcklin, « l'augmentation du point cryoscopique primitif d'un lait a toujours été reconnue progressive et sensiblement proportionnelle à la teneur en acide lactique » ; ayant remarqué, d'autre part, dans les analyses de MM. Dubois, Denigès et les nôtres, la fixité de l'acidité, nous avons pensé qu'il serait peut-être possible en prenant le Δ des laits phéniqués de retrouver le Δ primitif, c'est-à-dire le point cryoscopique du lait frais.

En d'autres termes, il nous a paru intéressant de rechercher :

1° Quelle était la variation du point cryoscopique due à l'addition de phénol-alcool et d'en fixer la valeur ;

2° Voir si cette variation se montrait constante.

Après avoir déterminé, par la méthode de Winter, le point cryoscopique des échantillons de laits frais, nous avons fait la même opération après addition de un centième de phénol-alcool. Nous avons obtenu les résultats ci-après :

N°s	Δ du lait frais —	Δ du lait phéniqué —	Différence
83	— 0,40	— 0,60	— 0,20
177	— 0,555	— 0,76	— 0,205
118	— 0,555	— 0,76	— 0,205
119	— 0,555	— 0,76	— 0,205
120	— 0,56	— 0,765	— 0,205
A	— 0,49	— 0,695	— 0,205
B	— 0,55	— 0,765	— 0,205
C	— 0,535	— 0,73	— 0,195
154	— 0,555	— 0,765	— 0,21
156	— 0,55	— 0,765	— 0,215
159	— 0,545	— 0,76	— 0,215

La diminution du point cryoscopique due à l'addition du phénol-alcool oscille donc entre les limites très étroites de 0°195 et 0°215.

Encore faut-il noter que la diminution minima, 0°195, n'a été observée qu'une fois et nous ne sommes pas certain qu'elle ne doive pas être attribuée ou à une erreur de lecture ou à une autre faute de technique.

Il serait plus juste de prendre comme limites des variations 0°205 et 0°215, avec la moyenne de 0°207.

Ces mêmes échantillons ont été, dans la suite, examinés à des époques différentes. Ces divers examens ont fourni les chiffres suivants :

Δ observé après	N° 117	N° 118	N° 119	N° 120	B	C	N° 83	N° 154	N° 155	N° 156
2 jours.....	0.762	0.762	0.762	0.765						
5 jours.....					0.765	0.76				
6 jours.....	0.76	0.765	0.765	0.765						
13 jours.....	0.76	0.765	0.765	0.765				0.765	0.765	0.76
17 jours.....							0.60			
30 jours.....		0.76	0.76	0.765						
55 jours.....							0.60			

A un demi-centième de degré près, les diminutions du point cryoscopique sont les mêmes.

Le lait n° 83 s'est montré absolument fixe et même au bout de près de deux mois son point cryoscopique n'avait pas varié.

Tous ces échantillons ont été conservés, sans autre précaution qu'un bon bouchage en flacon plein, à la température du laboratoire.

De ces essais, nous pouvons conclure que l'addition de phénol-alcool à un lait frais dans la proportion de un centième abaisse son point de congélation de 0°207 en moyenne et que cet abaissement, de même que l'acidité, se maintient constant durant une période de de temps voisine de deux mois. Nos essais ne nous permettent pas d'arriver à une autre conclusion ; mais il est fort probable que cette fixité du point cryoscopique doit se maintenir aussi longtemps que celle de l'acidité, c'est-à-dire durant des mois et même des années d'après l'observation de M. le professeur Denigès.

Ainsi, il est possible, par l'addition de phénol-alcool, de conserver les échantillons de lait durant très longtemps ; de procéder, sans aucun inconvénient, aux dosages habituellement faits pour la recherche du mouillage et de l'écrémage ; enfin, par la constatation du point cryoscopique, de retrouver le Δ initial.

*
* *

Devant ces résultats, nous avons proposé et fait adopter par le Service d'Hygiène de la Principauté, ce mode de conservation pour les échantillons destinés aux expertises.

Une des principales objections faites à l'emploi de l'acide phénique, comme agent conservateur, est la difficulté de maniement, par des mains inexpérimentées, d'une solution assez caustique.

La pipette étant un instrument fragile ; M. Dubois avait proposé d'aspirer la solution antiseptique au moyen d'une pompe-pipette graduée en centimètres cubes et munie d'un piston de verre glissant à frottement doux dans son intérieur.

Cette simplification n'était pas suffisante et ne rendait pas le maniement du produit tout à fait sans danger.

Nous avons simplifié cette façon de procéder et la méthode que nous avons proposée est mise en pratique par les agents avec la plus grande facilité.

La solution de phénol-alcool est colorée par un bleu de méthylène (des traces) et enfermée dans des ampoules de verre à deux pointes d'un volume de 3 cc.

Le remplissage de ces ampoules se fait très facilement au moyen d'une burette de Mohr transformée en remplisseur, ou au moyen d'un remplisseur à surverse qu'il est facile de confectionner. Le volume de cc. est très exactement mesuré.

Ces ampoules, mises dans de petites boîtes de poche portatives remplies de sciure de bois, sont livrées aux agents du service des prélèvements.

Les flacons à échantillons sont des flacons ordinaires de 300 cc. en verre épais, portant sur leur col, assez long, un trait de jauge au volume exact de 303 cc.

Flacons et ampoules constituent tout le matériel nécessaire.

L'addition de l'antiseptique augmentant le volume de l'échantillon de 1/100, il est de toute nécessité que le volume soit exactement mesuré.

A cet effet, l'agent emplit le flacon de lait jusqu'à environ 3 à 4 centimètres au-dessous du trait de jauge ; il ajoute, à ce moment, le phénol-alcool en engageant dans le col du flacon une extrémité de l'ampoule préalablement brisée, puis cassant l'autre extrémité. Le conservateur arrive, sans aucune perte, sur le lait dont il fait tomber la mousse, et il ne reste plus qu'à ajouter la petite quantité de lait nécessaire pour arriver exactement au trait de jauge.

L'échantillon est alors bouché, scellé et agité vigoureusement. Une étiquette collée fait connaître que le volume du lait réel est augmenté de 1/100, augmentation dont il faudra tenir compte pour les différents dosages auxquels sera soumis l'échantillon.

Les desiderata dont nous avons parlé sont, croyons-nous, satisfaits : la conservation des échantillons est assurée pendant un temps très long, le maniement du produit conservateur est sans danger pour les agents, il est d'une addition facile et sa présence, dans le lait, se trahit par une modification d'aspect et une odeur qui éveillent suffisamment l'attention des plus gourmands. Enfin ce conservateur ne gêne en rien l'analyse.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

De notre travail, nous pouvons dégager les conclusions suivantes :

I. — Le dosage de l'extrait, de la matière grasse du lactose, des matières albuminoïdes, des cendres ; l'observation des constantes physiques : densité et point cryoscopique, montrent que les échantillons authentiques des laits entiers consommés dans la Principauté de Monaco, provenant de ce pays même ou des communes françaises voisines, ont une composition très approchée de celle des laits des diverses régions de France pour lesquelles de semblables recherches ont été faites.

II. — L'addition de bichromate de potassium, dans la proportion de 1/1000, aux échantillons de laits destinés aux expertises, n'assure pas à ces échantillons une conservation certaine d'assez longue durée ; et les analyses faites sur un même lait bichromaté, à diverses époques, ne donnent pas toujours des résultats semblables.

III. — Suivant les observations déjà anciennes de M. Dubois, celles plus récentes de M. le professeur Denigès et celles faites par nous-mêmes, le phénol, en solution concentrée dans l'alcool éthylique à 95° et à la proportion de 1/100, est un excellent agent de conservation des échantillons de lait.

Grâce aux précautions que nous avons signalées et qui sont faciles à prendre, l'emploi de ce conservateur ne présente ni difficulté, ni danger.

IV. — Ce phénol-alcool ne nuit en rien à la détermination de l'extrait, du lactose, du beurre, de la caséine et des cendres ; il ne s'oppose pas à la recherche du point cryoscopique initial ; car, ainsi que nous l'avons établi, le Δ de l'échantillon additionné de 1/100 de phénol-alcool est inférieur en moyenne de 0°207 au Δ initial.

Vu et bon a imprimer :
Montpellier, le 25 juin 1913.
Le Président de la thèse,
H. FONZES-DIACON.

Vu et approuvé :
Montpellier, le 25 juin 1913.
Le Directeur de l'École,
G. MASSOL.

Vu et permis d'imprimer :
Montpellier, le 25 juin 1913.
Le Recteur,
Ant. BENOIST.

INDEX BIBLIOGRAPHIQUE

Bonn. — Traité pratique d'analyse des denrées alimentaires, 1908.

Bordas et Touplain. — Laiterie. Paris, 1913.

Defrance. — Thèse de doctorat en pharmacie. Montpellier, 1908.

Denigès. — Chimie analytique, édition de 1898.

Dubois. — Thèse de doctorat en pharmacie. Bordeaux, 1900.

Duclaux. — Le lait, études chimiques et microbiologiques. Paris, 1894.

Grelot. — Journal de pharmacie et de chimie.

Florence. — Travaux pratiques de chimie analytique. Lyon, 1891.

Gouirand. — Thèse de doctorat en pharmacie. Montpellier, 1912.

Hinard. — Annales des falsifications, n° 54.

Stœcklin. — La cryoscopie du lait (Annales des falsifications, mai 1911).

Trillat et Sauton. — Le dosage de la matière albuminoïde du lait (Annales de l'Institut Pasteur, 1906.

Winter. — C. R. Ac. des sciences, nov. 1895).

— Revue internationale des falsifications, nov. 1903 et janv. 1904.

Compte rendu du premier Congrès international pour la répression des fraudes alimentaires. Genève, 1908.

MONTPELLIER.— IMPRIMERIE COOPÉRATIVE OUVRIÈRE